

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

Expéditeur : L'ADMINISTRATION CHARGÉE DE
L'EXAMEN PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL

Destinataire :

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE
TOULOUSE
SDRI
6, allée Emile Monso
B.P. 34 038
F-31029 Toulouse Cedex 4
FRANCE

PCT

NOTIFICATION DE TRANSMISSION DU
RAPPORT PRÉLIMINAIRE
INTERNATIONAL SUR LA BREVETABILITÉ
(règle 71.1 du PCT)

Date d'expédition
(jour/mois/année)

04.01.2005

Référence du dossier du déposant ou du mandataire
V03.601

NOTIFICATION IMPORTANTE

Demande internationale No.
PCT/FR2004/000090

Date du dépôt international (jour/mois/année)
16.01.2004

Date de priorité (jour/mois/année)
23.01.2003

Déposant

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE

1. Il est notifié au déposant que l'administration chargée de l'examen préliminaire international a établi le rapport préliminaire international sur la brevetabilité pour la demande internationale et le lui transmet ci-joint, accompagné, le cas échéant, de ces annexes.
2. Une copie du présent rapport et, le cas échéant, de ses annexes est transmise au Bureau international pour communication à tous les offices élus.
3. Si tel ou tel office élu l'exige, le Bureau international établira une traduction en langue anglaise du rapport (à l'exclusion des annexes de celui-ci) et la transmettra aux offices intéressés.

4. NOTIFICATION IMPORTANTE

Pour aborder la phase nationale auprès de chaque office élu, le déposant doit accomplir certains actes (dépôt de traduction et paiement des taxes nationales) dans le délai de 30 mois à compter de la date de priorité (ou plus tard pour ce qui concerne certains offices) (article 39.1) (voir aussi le rappel envoyé par le Bureau international dans le formulaire PCT/IB/301).

Lorsqu'une traduction de la demande internationale doit être remise à un office élu, elle doit comporter la traduction de toute annexe du rapport préliminaire international sur la brevetabilité. Il appartient au déposant d'établir la traduction en question et de la remettre directement à chaque office élu intéressé.

Pour plus de précisions en ce qui concerne les délais applicables et les exigences des offices élus, voir le Volume II du Guide du déposant du PCT.

Il est signalé au déposant que l'article 33(5) stipule que les critères de nouveauté, d'activité inventive et d'application industrielle tels que définis à l'article 33(2) à (4) ne servent qu'aux fins de l'examen préliminaire international et que "tout État contractant peut appliquer des critères additionnels ou différents afin de décider si, dans cet État, l'invention est brevetable ou non" (voir également l'article 27(5)). De tels critères additionnels peuvent par exemple avoir rapport à des exceptions à la brevetabilité ainsi qu'à des exigences concernant l'exposé suffisant de l'invention, la clarté des revendications et leur fondement sur la description.

Nom et adresse postale de l'administration chargée de l'examen
préliminaire international



Office européen des brevets - P.B. 5818 Patentlaan 2
NL-2280 HV Rijswijk - Pays Bas
Tél. +31 70 340 - 2040 Tx: 31 651 epo nl
Fax: +31 70 340 - 3016

Fonctionnaire autorisé

Adam, G



Tél. +31 70 340-4133



TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS

PCT

RAPPORT PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL SUR LA BREVETABILITÉ (chapitre II du Traité de coopération en matière de brevets)

Référence du dossier du déposant ou du mandataire	POUR SUITE À DONNER voir formulaire PCT/PEA416	
Demande internationale No. PCT/FR2004/000090	Date du dépôt international (jour/mois/année) 16.01.2004	Date de priorité (jour/mois/année) 23.01.2003
Classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois classification nationale et CIB G01N5/04		
Déposant INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE TOULOUSE		
<p>1. Le présent rapport est le rapport d'examen préliminaire international, établi par l'administration chargée de l'examen préliminaire international en vertu de l'article 35 et transmis au déposant conformément à l'article 36.</p> <p>2. Ce RAPPORT comprend 5 feuilles, y compris la présente feuille de couverture.</p> <p>3. Ce rapport est accompagné d'ANNEXES, qui comprennent :</p> <p>a. <input checked="" type="checkbox"/> un total de (envoyées au déposant et au Bureau international) 6 feuilles, définies comme suit :</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> les feuilles de la description, des revendications ou des dessins qui ont été modifiées et qui servent de base au présent rapport ou des feuilles contenant des rectifications autorisées par la présente administration (voir la règle 70.16 et l'instruction administrative 607).</p> <p><input type="checkbox"/> des feuilles qui remplacent des feuilles précédentes, mais dont la présente administration considère qu'elles contiennent une modification qui va au-delà de l'exposé de l'invention qui figure dans la demande internationale telle qu'elle a été déposée, comme il est indiqué au point 4 du cadre n° I et dans le cadre supplémentaire.</p> <p>b. <input type="checkbox"/> (envoyées au Bureau international seulement) un total de (préciser le type et le nombre de support(s) électronique(s)) , qui contiennent un listing de la ou des séquences ou un ou des tableaux y relatifs, déposés sous forme déchiffrable par ordinateur seulement, comme il est indiqué dans le cadre supplémentaire relatif au listing de la ou des séquences (voir l'instruction administrative 802).</p>		
<p>4. Le présent rapport contient des indications et les pages correspondantes relatives aux points suivants :</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Cadre n° I Base de l'opinion</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Cadre n° II Priorité</p> <p><input type="checkbox"/> Cadre n° III Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle</p> <p><input type="checkbox"/> Cadre n° IV Absence d'unité de l'invention</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Cadre n° V Déclaration motivée selon l'article 35(2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration</p> <p><input type="checkbox"/> Cadre n° VI Certains documents cités</p> <p><input type="checkbox"/> Cadre n° VII Irrégularités dans la demande internationale</p> <p><input type="checkbox"/> Cadre n° VIII Observations relatives à la demande internationale</p>		
Date de présentation de la demande d'examen préliminaire internationale 24.06.2004	Date d'achèvement du présent rapport 04.01.2005	
Nom et adresse postale de l'administration chargée de l'examen préliminaire international  Office européen des brevets - P.B. 5818 Patentaan 2 NL-2280 HV Rijswijk - Pays Bas Tél. +31 70 340 - 2040 Tx: 31 651 epo nl Fax: +31 70 340 - 3016	Fonctionnaire autorisé Hocquet, A N° de téléphone +31 70 340-2928 	

**Demande internationale n°
PCT/FR2004/000090**

Formulaire PCTAPEA/409 (janvier 2004)

**RAPPORT PRÉLIMINAIRE INTERNATIONAL
SUR LA BREVETABILITÉ**

Demande internationale n°
PCT/FR2004/000090

Cadre n° V Déclaration motivée selon l'article 35.2) quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

- | | | | |
|--|------|----------------|------|
| 1. Déclaration | | | |
| Nouveauté | Oui: | Revendications | 1-34 |
| | Non: | Revendications | |
| Activité inventive | Oui: | Revendications | 1-34 |
| | Non: | Revendications | |
| Possibilité d'application industrielle | Oui: | Revendications | 1-34 |
| | Non: | Revendications | |

2. Citations et explications (règle 70.7) :

voir feuille séparée

Concernant le point V

Il est fait référence aux documents suivants dans la présente notification:

D1: US-A-5 368 391 (CROWE BENJAMIN S ET AL) 29 novembre 1994

D2: SINGH RAMAN ET AL: "THE STABILITY OF OXIDE SCALE" MATERIALS
AT HIGH TEMPERATURES, vol. 10, no. 3, 1992, pages 171-176

D3: WO 01/34290 A (STANFORD RES INST INT) 17 mai 2001

D4: EP-A-0 779 510 (SUN ELECTRIC UK LTD) 18 juin 1997

D5: US-B-6 336 7411 (BLAINE ROGER L) 8 janvier 2002

- 1 Le document D2, qui est considéré comme étant l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1 décrit (les références entre parenthèses s'appliquent à ce document) des tests de thermogravimétrie cycliques (thermal cyclic mode operated for 15 cycles that took 35 hours) avec enregistrement continu des variations de poids et températures (figure 1 et figure 3 'lowest weight during a cycle' sur un échantillon métallique afin de déterminer son comportement d'oxydation).
- 1.1 La revendication 1 diffère de l'enseignement de D2 par deux caractéristiques:
(1) le test est fait sur une pluralité d'échantillons au sein d'un même four et (2) chaque cycle comporte un palier à haute température. Ces deux caractéristiques sont indépendantes l'une de l'autre et résolvent des problèmes différents. La première augmente la productivité de l'analyse, tandis que la seconde permet une simulation plus fidèle de certains comportements (voir description page 2, ligne 20 à page 3, ligne 7 et page 11, lignes 6-13).
- 1.2 Passer de tests sur un échantillon à des tests sur plusieurs échantillons au sein d'un même four n'implique pas d'activité inventive (article 33(3) PCT): L'homme du métier désirant augmenter la capacité d'analyse effectuerait naturellement des analyses sur une pluralité d'échantillons en parallèle (voir par exemple D3 ou D4) et le fait d'adapter les appareils de mesure de manière à utiliser un seul four relève d'une démarche normale pour la personne du métier (voir par exemple D5, figure 4 pour un exemple de four recevant deux balances, D3 page 33, dernière ligne pour la mention d'un four contenant une pluralité d'échantillons pour thermogravimétrie, D4 pour une chambre à atmosphère contrôlée contenant une pluralité de balances thermogravimétriques).
- 1.3 Mesurer le poids durant un palier à haute température est considéré comme impliquant une activité inventive (article 33(3) PCT), et ce pour les raisons suivantes: il est connu de D1 d'utiliser lors de tests de gravimétrie des cycles

comprenant des paliers de température (D1, c 13, l 4-8). Cependant, les procédés décrits dans D1 ont pour but de caractériser la composition ou les transformations des matériaux et non leur comportement. Il n'y a pas suggestion dans D1 ni dans aucun document du Rapport de Recherche que la mesure de poids pendant un tel palier permet une évaluation plus fine et plus fiable du comportement (description page 11, lignes 6-20)

- 2 Le raisonnement effectué dans les paragraphes 1, 1.1 et 1.2 pour la revendication de procédé 1 peut être transposée à la revendication de dispositif 8. L'objet de la revendication 8 est donc nouveau (article 33(2) PCT). Les remarques suivantes s'ajoutent aux remarques des paragraphes:
 - 2.1 La revendication 8 mentionne des 'moyens de chauffage directs', mais les documents D3 ou D4 mentionnent pour chauffer une pluralité d'échantillons en parallèle soit des chauffages résistifs individuels (D3, p 29 par. 3) ou des chauffages radiatifs par laser (D4, colonne 6, lignes 34-40). Munir un appareil de thermogravimétrie de tels moyens de chauffage n'implique donc pas d'activité inventive.
 - 2.2 Par conséquent, l'objet de la revendication 8 diffère des dispositifs connus ou de variations évidentes de ces dispositifs en ce que les balances sont disposées en étoile avec les échantillons reçus en une partie centrale.
 - 2.3 Le problème à résoudre peut donc être considéré comme concevoir un arrangement dont le four présente des dimensions radiales réduites (voir description page 16, lignes 21-30 ou page 17, lignes 25-30).
 - 2.4 La solution de ce problème proposée dans la revendication 8 de la présente demande est considérée comme impliquant une activité inventive (article 33(3) PCT), et ce pour les raisons suivantes : Les dispositifs des documents D3 et D4 utilisent une pluralité de balances (membranes vibrantes dans D3, lames vibrantes dans D4 mais elles sont arrangées suivant une matrice rectangulaire, et non pas en étoile avec les échantillons au centre. Aucun des documents disponibles ne suggère l'arrangement de balances en étoile tel qu'indiqué dans la revendication 8.
- 3 Les revendications 2-7 (resp. 9-34) dépendent de la revendication 1 (resp. 8) et satisfont donc également, en tant que telles, aux conditions requises par le PCT en ce qui concerne la nouveauté et l'activité inventive.

12-11-2004

10/5 43149 EPO - L
31 JC14 Rec'd PCT/PTO 25 JUL 2005
12.11.2004

REVENDICATIONS

(102)

1/ Procédé de test par thermogravimétrie du comportement
d'un matériau solide en présence d'une atmosphère gazeuse contrôlée, caractérisé en ce
5 que :

- on place une pluralité d'échantillons (10) en présence de ladite
atmosphère gazeuse au sein d'un même four (4) à atmosphère contrôlée,

- on associe chaque échantillon à une balance (38), qui lui est
propre, d'erreur inférieure à 100 µg,

10 - on soumet les échantillons (10) à des cycles thermiques
successifs prédéterminés comprenant chacun une étape de chauffage, durant laquelle on
chauffe directement les échantillons, et une étape de refroidissement, durant laquelle on
ne chauffe pas les échantillons,

- on mesure et on enregistre le poids de chaque échantillon de
15 façon indépendante, en continu au moins durant un palier à haute température de l'étape
de chauffage de chaque cycle thermique.

2/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, à
chaque cycle thermique, on chauffe les échantillons (10) de sorte que leur température
soit comprise entre 400°C et 1800°C au moins durant un palier à haute température de
20 l'étape de chauffage.

3/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 2, caractérisé
en ce que, à chaque cycle thermique, on chauffe les échantillons (10) de sorte que leur
température soit supérieure à 1100°C au moins durant un palier à haute température de
l'étape de chauffage.

25 4/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé
en ce que, à chaque cycle thermique, on chauffe les échantillons (10) à une vitesse de
chauffage supérieure à 300°C/min.

5/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé
en ce que, à chaque cycle thermique, on refroidit les échantillons (10) à une vitesse de
30 refroidissement supérieure à 100°C/min.

12-11-2004

FR0400090

32

6/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'on soumet les échantillons (10) à des cycles thermiques comprenant chacun une étape de chauffage constituée d'une phase de montée en température d'une durée inférieure à 5 minutes et d'un palier à haute température d'une durée de l'ordre de 5 60 minutes, et une étape de refroidissement constituée d'une phase de descente en température d'une durée inférieure à 10 minutes et d'un palier à basse température d'une durée comprise entre 0 et 15 minutes.

7/ Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'on soumet les échantillons (10) à un nombre de cycles thermiques successifs 10 compris entre 10 et 3000.

8/ Dispositif de test, par thermogravimétrie, du comportement d'un matériau solide en présence d'une atmosphère gazeuse contrôlée, comprenant :

- un four (4) à atmosphère gazeuse contrôlée,
- 15 - des moyens de pesée (6) du matériau placé dans le four, présentant une erreur inférieure à 100 µg,
- des moyens de confinement (7, 8, 34) adaptés pour limiter les éventuelles perturbations subies par les moyens de pesée du fait de l'environnement extérieur au dispositif et/ou de l'atmosphère gazeuse contrôlée,

20 caractérisé en ce que :

- le four (4) est adapté pour recevoir un nombre N strictement supérieur à 1 d'échantillons (10) du matériau,
- le four comprend des moyens (11) de chauffage direct des échantillons, aptes à soumettre les échantillons à des cycles thermiques successifs 25 prédéterminés comprenant chacun une étape de chauffage, durant laquelle les échantillons sont chauffés, et une étape de refroidissement, durant laquelle les échantillons ne sont pas chauffés, les moyens de chauffage étant aptes à imposer des paliers à haute température durant les étapes de chauffages,
- les moyens de pesée comprennent N balances (38) 30 indépendantes d'erreur inférieure à 100 µg, chaque balance étant apte à mesurer et

32

12-11-2004

FR0400090

33

enregistrer le poids d'un échantillon en continu au moins durant un palier à haute température de l'étape de chauffage de chaque cycle thermique,

5 - le dispositif présente une architecture globale en étoile, dans laquelle au moins les balances sont disposées en étoile, laquelle architecture en étoile est adaptée pour recevoir les échantillons à proximité les uns des autres en une partie centrale du four.

9/ Dispositif selon la revendication 8, caractérisé en ce que les moyens (11) de chauffage direct sont aptes à porter les échantillons à une température supérieure à 1100°C.

10 10/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 9, caractérisé en ce que les moyens (11) de chauffage direct sont aptes à chauffer les échantillons à une vitesse de chauffage supérieure à 300°C/min.

11/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 10, caractérisé en ce que les moyens (11) de chauffage direct sont aptes à refroidir les
15 échantillons à une vitesse de refroidissement supérieure à 100°C/min.

12/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 11, caractérisé en ce que les moyens (11) de chauffage direct sont aptes à réaliser des cycles thermiques comprenant chacun une étape de chauffage constituée d'une phase de montée en température d'une durée inférieure à 5 minutes et d'un palier à haute
20 température d'une durée de l'ordre de 60 minutes, et une étape de refroidissement constituée d'une phase de descente en température d'une durée inférieure à 10 minutes et d'un palier à basse température d'une durée comprise entre 0 et 15 minutes.

13/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 12, caractérisé en ce que les moyens (11) de chauffage direct sont aptes à réaliser plus de
25 3000 cycles thermiques successifs.

14/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 13, caractérisé en ce que le four comprend au moins N lampes (11) à fort rayonnement, une chambre (9) de réception des échantillons en une matière thermique résistante transparente aux rayonnements des lampes, et une face interne (12) périphérique
30 réflective ayant une forme adaptée pour définir au moins N zones distinctes

12-11-2004

FR0400090

34

d'éclairement maximal à l'intérieur de la chambre, à l'emplacement desquelles peuvent être placés les échantillons.

15/ Dispositif selon la revendication 14, caractérisé en ce que la face interne périphérique (12) du four forme au moins N portions d'ellipses agencées en étoile, chaque ellipse ayant un premier foyer (13) extérieur à la chambre (9), dit foyer émissif, à l'emplacement duquel est agencée une lampe, et un second foyer (14) intérieur à la chambre, dit foyer réceptif, à l'emplacement duquel peut être placé un échantillon, au moins N desdites ellipses présentant des foyers réceptifs distincts.

16/ Dispositif selon les revendications 8 et 15, caractérisé en ce que la chambre (9) et les foyers réceptifs (14) sont situés en partie centrale du four et les foyers émissifs (13) sont situés en partie périphérique du four, et en ce que la chambre (9) présente des dimensions radiales réduites.

17/ Dispositif selon les revendications 8 à 16, caractérisé en ce que chaque balance (38) présente une erreur inférieure à 10 μg .

18/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 17, caractérisé en ce que chaque balance (38) présente une dérive inférieure à 1 $\mu\text{g}/\text{h}$.

19/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 18, caractérisé en ce que les balances (38) sont montées sur un même plateau support (3).

20/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 19, caractérisé en ce que les balances (38) sont agencées au-dessus du four et comprennent chacune un fléau (39), des moyens (40) de mesure d'un déplacement ou d'une force subi(e) par le fléau, et une tige de suspension (41) en alumine qui s'étend sensiblement verticalement et présente une extrémité inférieure munie d'un crochet (49) pour l'accrochage d'un échantillon (10) et une extrémité supérieure articulée ou fixée à une extrémité longitudinale (45) du fléau, dite extrémité de mesure.

21/ Dispositif selon les revendications 8 et 20, caractérisé en ce que les fléaux (39) des N balances sont disposés en étoile, chaque fléau s'étendant sensiblement selon une direction radiale de sorte que son extrémité de mesure (45) surplombe la partie centrale du four.

12-11-2004

FR0400090

35

22/ Dispositif selon l'une des revendications 20 ou 21, caractérisé en ce que les tiges de suspension (41) sont du type capillaire à deux canaux pour permettre le passage de fils thermocouples (48).

23/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 21, caractérisé en ce qu'il comprend des moyens (60) de support d'au moins un morceau de matériau (57), dit témoin, adaptés pour maintenir le témoin à proximité immédiate d'un échantillon (10) et dotés de moyens (58) de mesure de la température à l'intérieur du témoin.

24/ Dispositif selon la revendication 23, caractérisé en ce qu'il comprend des moyens (60) de support de N témoins, adaptés pour maintenir un témoin en dessous de chaque échantillon, sur son foyer réceptif, et dotés de moyens (58), du type fils thermocouples aboutissant à l'intérieur du témoin, de mesure indépendante de la température de chacun des témoins.

25/ Dispositif selon l'une des revendications 20 à 24, caractérisé en ce que les moyens de mesure d'au moins une balance comprennent une cellule de pesée (40) électronique sur laquelle est fixé le fléau (39).

26/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 25, caractérisé en ce que le four (4) est monté coulissant selon une direction sensiblement verticale entre une position basse de préparation, dans laquelle il est situé en dessous de l'extrémité inférieure des tiges de suspension (41) en vue de permettre l'accrochage et/ou le retrait des échantillons, et une position haute de test, dans laquelle l'extrémité inférieure des tiges de suspension (41) s'étend à l'intérieur de la chambre (9) du four.

27/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 26, caractérisé en ce que les moyens de confinement comprennent une cloche supérieure (8) de protection adaptée pour coiffer l'ensemble des balances (38) et pour être fixée de façon amovible et hermétique sur le plateau support (3).

28/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 27, caractérisé en ce que les moyens de confinement (7) comprennent une colonne de confinement entre le plateau support (3) et le four (4), adaptée pour réaliser, d'une part, un raccordement hermétique et amovible, permettant le passage et le confinement des

35

12-11-2004

FR0400090

36

tiges de suspension, entre le plateau support et la chambre du four, et, d'autre part, un raccordement hermétique, au moyen de branchements (29, 31), à des moyens de génération de l'atmosphère gazeuse contrôlée.

29/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 28, caractérisé en ce que les moyens de génération de l'atmosphère contrôlée comprennent, d'une part, une pompe à vide et un conduit (28) d'arrivée de gaz raccordés chacun à un branchement (29) de la colonne de confinement, et, d'autre part, un conduit (27) de sortie de gaz s'ouvrant sur une face inférieure de la chambre (9) du four.

30/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 29, caractérisé en ce que les moyens de confinement comprennent des moyens (34, 36, 37) de limitation des échanges gazeux et des échanges thermiques entre le four et les moyens de pesée, lesdits moyens de limitation comprenant une pluralité de plateaux (34) superposés et distants, intégrés dans la colonne de confinement (7) au-dessus des branchements de celle-ci, qui délimitent une pluralité de chambres (55) de refroidissement successives, chaque plateau étant percé de N lumières (35) pour le passage des tiges de suspension.

31/ Dispositif selon la revendication 30, caractérisé en ce que chaque plateau (34) présente des faces faiblement émissives.

32/ Dispositif selon les revendications 20 et 27, caractérisé en ce que chaque balance comprend un contrepoids permanent (56) fixé à une extrémité longitudinale (44) du fléau, dite extrémité de calibrage, de façon à être suspendu à l'intérieur de la cloche de protection (8).

33/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 32, caractérisé en ce que le four (4) comprend des moyens de régulation en température du type PID.

34/ Dispositif selon l'une des revendications 8 à 33, caractérisé en ce que le four comprend des moyens de régulation en température adaptés pour contrôler indépendamment chaque lampe (11).

36

CLAIMS

1. A method for thermogravimetrically testing the behaviour of a solid material in the presence of a controlled gaseous atmosphere, wherein:
 - a plurality of samples (10) are placed in the presence of said gaseous atmosphere inside the same controlled-atmosphere furnace (4),
 - each sample has its own associated balance (38) having an error of less than 100 μg ,
 - the samples (10) are subjected to successive predetermined thermal cycles each comprising a heating step, during which the samples are heated directly, and a cooling step, during which the samples are not heated,
 - the weight of each sample is measured and recorded independently, in a continuous manner, at least during a high-temperature stage of the heating step of each thermal cycle.
2. The method as claimed in claim 1, wherein, in each thermal cycle, the samples (10) are heated so that their temperature is from 400°C to 1800°C at least during a high-temperature stage of the heating step.
3. The method as claimed in either claim 1 or claim 2, wherein, in each thermal cycle, the samples (10) are heated so that their temperature is greater than 1100°C at least during a high-temperature stage of the heating step.
4. The method as claimed in any one of claims 1 to 3, wherein, in each thermal cycle, the samples (10) are heated at a rate of heating greater than 300°C/minute.

5. The method as claimed in any one of claims 1 to 4, wherein, in each thermal cycle, the samples (10) are cooled at a rate of cooling greater than 100°C/minute.
- 5 6. The method as claimed in any one of claims 1 to 5, wherein the samples (10) are subjected to thermal cycles each comprising a heating step, which consists of a phase of rise in temperature having a duration of less than 5 minutes and a high-temperature stage having a duration of the order of 60 minutes, and a cooling step, which consists of a phase of fall in temperature having a duration of less than 10 minutes and a low-temperature stage having a duration of from 0 to 15 minutes.
- 10 7. The method as claimed in any one of claims 1 to 6, wherein the samples (10) are subjected to a number of successive thermal cycles of from 10 to 3000.
- 15 8. A device for thermogravimetrically testing the behaviour of a solid material in the presence of a controlled gaseous atmosphere, comprising:
- a furnace (4) having a controlled gaseous atmosphere,
 - means (6) for weighing the material placed in the furnace, having an error of
 - 20 less than 100 µg,
 - confining means (7, 8, 34) suitable for limiting any disturbance to the weighing means owing to the external environment of the device and/or the controlled gaseous atmosphere,
- wherein
- 25 - the furnace (4) is suitable for receiving a number N, which is strictly greater than 1, of samples (10) of the material,
 - the furnace comprises means (11) for heating the samples directly, which means are capable of subjecting the samples to successive predetermined thermal cycles each comprising a heating step, during which the samples are
 - 30 heated, and a cooling step, during which the samples are not heated, the

heating means being capable of imposing high-temperature stages during the heating steps,

- the weighing means comprise N independent balances (38) having an error of less than 100 μ g, each balance being capable of measuring and recording the weight of a sample continuously at least during a high-temperature stage of the heating step of each thermal cycle,
- the device has a star-shaped structure overall, in which at least the balances are arranged in the shape of a star, which star-shaped structure is suitable for receiving the samples close to one another in a central portion of the furnace.

10

9. The device as claimed in claim 8, wherein the direct heating means (11) are capable of bringing the samples to a temperature greater than 1100°C.

15

10. The device as claimed in either claim 8 or claim 9, wherein the direct heating means (11) are capable of heating the samples at a rate of heating greater than 300°C/minute.

20

11. The device as claimed in any one of claims 8 to 10, wherein the direct heating means (11) are capable of cooling the samples at a rate of cooling greater than 100°C/minute.

25

12. The device as claimed in any one of claims 8 to 11, wherein the direct heating means (11) are capable of carrying out thermal cycles each comprising a heating step, which consists of a phase of rise in temperature having a duration of less than 5 minutes and a high-temperature stage having a duration of the order of 60 minutes, and a cooling step, which consists of a phase of fall in temperature having a duration of less than 10 minutes and a low-temperature stage having a duration of from 0 to 15 minutes.

13. The device as claimed in any one of claims 8 to 12, wherein the direct heating means (11) are capable of carrying out more than 3000 successive thermal cycles.
- 5 14. The device as claimed in any one of claims 8 to 13, wherein the furnace comprises at least N high-radiation lamps (11), a chamber (9) for receiving the samples, made of a thermal resistant material that is transparent to the radiation of the lamps, and a reflective peripheral inner face (12) having a shape that is suitable for defining at least N separate zones of maximum illumination inside
10 the chamber, at the site of which the samples may be placed.
- 15 15. The device as claimed in claim 14, wherein the peripheral inner face (12) of the furnace forms at least N ellipse portions arranged in a star, each ellipse having a first focus (13) outside the chamber (9), called the emitting focus, at the site of
15 which there is arranged a lamp, and a second focus (14) inside the chamber, called the receiving focus, at the site of which a sample may be placed, at least N of said ellipses having separate receiving focuses.
- 20 16. The device as claimed in claims 8 and 15, wherein the chamber (9) and the receiving focuses (14) are situated in the central portion of the furnace and the emitting focuses (13) are situated in the peripheral portion of the furnace, and wherein the chamber (9) has reduced radial dimensions.
- 25 17. The device as claimed in claims 8 to 16, wherein each balance (38) has an error of less than 10 μg .
18. The device as claimed in any one of claims 8 to 17, wherein each balance (38) has a drift of less than 1 $\mu\text{g/h}$.

19. The device as claimed in any one of claims 8 to 18, wherein the balances (38) are mounted on the same support plate (3).
- 5 20. The device as claimed in any one of claims 8 to 19, wherein the balances (38) are arranged above the furnace and each comprise a balance arm (39), means (40) for measuring a displacement or a force to which the balance arm is subjected, and a suspension rod (41) of aluminium which extends substantially vertically and has a lower end provided with a hook (49) for the attachment of a sample (10) and an upper end articulated with or fixed to a longitudinal end (45) of the balance arm, called the measuring end.
- 10 21. The device as claimed in claims 8 and 20, wherein the balance arms (39) of the N balances are arranged in the shape of a star, each balance arm extending substantially according to a radial direction so that its measuring end (45) hangs over the central portion of the furnace.
- 15 22. The device as claimed in either claim 20 or claim 21, wherein the suspension rods (41) are of the capillary type having two channels in order to permit the passage of thermocouple wires (48).
- 20 23. The device as claimed in any one of claims 8 to 21, which comprises means (60) for supporting at least one piece of material (57), called a control, which means are suitable for holding the control in the immediate proximity of a sample (10) and are equipped with means (58) for measuring the temperature inside the control.
- 25 24. The device as claimed in claim 23, which comprises means (60) for supporting N controls, which means are suitable for holding a control beneath each sample, on its receiving focus, and are equipped with means (58) of the thermocouple wire type which end inside the control, for measuring independently the temperature of each of the controls.
- 30

25. The device as claimed in any one of claims 20 to 24, wherein the measuring means of at least one balance comprise an electronic weighing cell (40) to which the balance arm (39) is fixed.
- 5
26. The device as claimed in any one of claims 8 to 25, wherein the furnace (4) is mounted to slide according to a substantially vertical direction between a bottom preparation position, in which it is located beneath the lower end of the suspension rods (41) in order to allow samples to be attached and/or removed, and a top test position, in which the lower end of the suspension rods (41) extends inside the chamber (9) of the furnace.
- 10
27. The device as claimed in any one of claims 8 to 26, wherein the confining means comprise an upper protective bell (8) which is suitable for covering all of the balances (38) and for being fixed in a removable and air-tight manner to the support plate (3).
- 15
28. The device as claimed in any one of claims 8 to 27, wherein the confining means (7) comprise a confinement column between the support plate (3) and the furnace (4), which column is suitable for producing, on the one hand, an air-tight and removable connection, allowing the suspension rods to pass and be confined, between the support plate and the chamber of the furnace, and, on the other hand, an air-tight connection, by means of branches (29, 31), to means for generating the controlled gaseous atmosphere.
- 20
29. The device as claimed in any one of claims 8 to 28, wherein the means for generating the controlled gaseous atmosphere comprise, on the one hand, a vacuum pump and a gas inlet pipe (28) which are each connected to a branch (29) of the confinement column, and, on the other hand, a gas outlet pipe (27) which opens at a lower face of the chamber (9) of the furnace.
- 25
- 30

30. The device as claimed in any one of claims 8 to 29, wherein the confining means comprise means (34, 36, 37) for limiting gaseous and thermal exchanges between the furnace and the weighing means, said limiting means comprising a plurality of superposed and distant plates (34) which are integrated into the confinement column (7) above the branches thereof and which delimit a plurality of successive cooling chambers (55), each plate being pierced with N holes (35) for the passage of the suspension rods.
- 5
31. The device as claimed in claim 30, wherein each plate (34) has faces of low emissivity.
- 10
32. The device as claimed in claims 20 and 27, wherein each balance comprises a permanent counterweight (56) fixed to one longitudinal end (44) of the balance arm, called the calibrating end, so as to be suspended inside the protective bell (8).
- 15
32. The device as claimed in any one of claims 8 to 32, wherein the furnace (4) comprises temperature-regulating means of the PID type.
- 20
34. The device as claimed in any one of claims 8 to 33, wherein the furnace comprises temperature-regulating means suitable for controlling each lamp (11) independently.